

S PN=JP 8034719
S11 1 PN=JP 8034719
? T S11/7

11/7/1
DIALOG(R) File 351:Derwent WPI
(c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

010649919
WPI Acc No: 1996-146873/ 199615
Cosmetics with high UV protection - are oil-water type emulsion
cosmetics, contg. silicon carbide and acrylic acid type polymer
Patent Assignee: KAO CORP (KAOS)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001
Patent Family:
Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week
JP 8034719 A 19960206 JP 94173041 A 19940726 199615 B

Priority Applications (No Type Date): JP 94173041 A 19940726

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 8034719	A		7	A61K-007/42	

Abstract (Basic): JP 8034719 A

Oil/water type emulsion cosmetics comprises SiC and acrylic acid
type polymer.

ADVANTAGE - High UV protection ability and high transparency are
attained.

Dwg.0/0

Derwent Class: A96; D21

International Patent Class (Main): A61K-007/42

International Patent Class (Additional): A61K-007/00; A61K-007/48

BEST AVAILABLE COPY

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The charge of oil-in-water type emulsification makeup characterized by containing silicon carbide powder and an acrylic-acid system polymer.

[Claim 2] The charge of oil-in-water type emulsification makeup according to claim 1 whose particle size of silicon carbide powder is 0.01-100 micrometers.

[Claim 3] Furthermore, the charge of oil-in-water type emulsification makeup containing an ultraviolet-rays defense agent according to claim 1 or 2.

[Claim 4] Furthermore, the charge of oil-in-water type emulsification makeup containing a water soluble polymer according to claim 1, 2, or 3.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the charge of oil-in-water type emulsification makeup which contained silicon carbide powder and an acrylic-acid system polymer, was excellent in the ultraviolet-rays defense effectiveness, and was excellent in durability and water repellence.

[0002]

[Description of the Prior Art] Generally, since the ultraviolet ray absorbent of an organic compound has a problem in stability and safety, inorganic fine particles, such as a zinc oxide and titanium oxide, are blended with skin external preparations, such as a charge of makeup to defend ultraviolet rays conventionally.

[0003] However, when inorganic fine particles, such as titanium oxide and a zinc oxide, increased loadings, they became white, and they had the problem that the appearance after makeup was spoiled. Moreover, since these inorganic fine particles had high surface activity, in order to achieve stabilization of a combination component, they needed to perform various surface treatment and needed to reduce activity.

[0004] On the other hand, since the continuous phase consists of aqueous components, the charge of oil-in-water type emulsification makeup has the descriptions, like a feeling of oiliness is excellent in a feeling of use few.

[0005] However, as compared with the charge of water-in-oil type emulsification makeup, the charge of oil-in-water type emulsification makeup was inferior to durability and water repellence, and had the fault that makeup was easy to come off.

[0006] Therefore, the appearance after makeup does not become white, but the purpose of this invention is stable and is to offer the charge of oil-in-water type emulsification makeup excellent in water repellence and durability while it is excellent in the ultraviolet-rays defense effectiveness.

[0007]

[Means for Solving the Problem] As a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly in this actual condition, when using together the powder and acrylic-acid system polymer of silicon carbide which are generally used as abrasives or a material of a chemical reaction container, a header and this invention were completed for the charge of oil-in-water type emulsification makeup which has high ultraviolet-rays defense ability, transparency, and stability, and is excellent in water repellence and durability being obtained.

[0008] That is, the charge of oil-in-water type emulsification makeup characterized by this invention containing silicon carbide powder and an acrylic-acid system polymer is offered.

[0009] Although not limited, especially the silicon carbide powder used for this invention has many which have the higher light transmittance of a light field, and since it is highly transparent, coloring is also desirable [powder / many]. Therefore, the thing whose free carbon content is 0.3 or less % of the weight and whose transition element metallic-compounds content is 0.2 or less % of the weight is desirable, and the thing especially whose free carbon content is 0.1 or less % of the weight and whose

transition-metals compound content is 0.1 % of the weight is desirable.

[0010] In addition, a free carbon content can be measured here according to JIS-R -61-24-1980.

[0011] The absorbing power of an ultraviolet radiation field is alternatively discovered, and the silicon carbide of such a high grade has still less absorption of a light field, and can be broadly used as an ultraviolet absorption ingredient.

[0012] Especially the crystal mold of silicon carbide has 2H, 4H, and desirable 6H mold from a viewpoint of the transparency of a light field, although alpha mold, beta mold and 2H, 4H, 6H, 8H and 15R, 3C molds, etc. are not limited. In this invention, even if independent in a kind, what has two or more sorts of crystal molds can be mixed and used.

[0013] Furthermore, although especially the configuration of silicon carbide powder is not limited, either, especially the shape of tabular and a ball are desirable. Moreover, within the limits of particle size of 0.1-50 micrometers is especially desirable 0.01-100 micrometers from the point for improving dispersibility, making electric shielding area small, and heightening the ultraviolet-rays defense effectiveness.

[0014] Although especially the manufacture approach of the silicon carbide powder used by this invention is not limited, its silicon carbide whose free carbon content is 0.3 or less % of the weight and whose transition element metallic-compounds content is 0.2 or less % of the weight is desirable, and it is desirable to use the following well-known approaches.

[0015] Namely, what is necessary is to reach transition element metallic compounds by acid treatment from a silicon carbide raw material, and for heating just to remove free carbon. What is necessary is just to perform heating at 15-95 degrees C at this time, using those mixed acids, such as a hydrochloric acid, oxalic acid, a nitric acid, and fluoric acid, as an acid. Moreover, it can also manufacture by the approach (for example, a magazine "a vacuum", 30 volumes (1987), P52) of carrying out heating sublimation and carrying out crystal growth of the silicon carbide raw material, the approach (for example, a magazine "the ceramics", 19 volumes (1984), P478) of compounding by the gaseous-phase method from silicon and a carbon raw material further, etc.

[0016] the fluoridization by siliconization the silicon carbide powder obtained in this way is the purpose which gives water repellence and oil repellency further although it can come out as it is and can blend with the charge of makeup of this invention, and according to methyl hydrogen polysiloxane, a trimethylsiloxy silicic acid, methylpolysiloxane, etc. by the well-known approach, perfluoroalkyl phosphoric ester, etc. -- after performing surface treatment, such as lecithin processing, metallic soap processing, and alkyl phosphoric ester processing, further, it can also use.

[0017] Although the loadings of the silicon carbide powder in the charge of makeup of this invention can be chosen as arbitration according to a pharmaceutical form, its 1 - 25 % of the weight is especially desirable 0.1 to 50% of the weight.

[0018] Moreover, the acrylic-acid system polymer used by this invention will not be limited especially if gel is formed by neutralizing by alkali chemicals, but what is generally called a water-soluble alkali thickening mold polymer is used.

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL FIELD

[Industrial Application] This invention relates to the charge of oil-in-water type emulsification makeup which contained silicon carbide powder and an acrylic-acid system polymer, was excellent in the ultraviolet-rays defense effectiveness, and was excellent in durability and water repellence.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EFFECT OF THE INVENTION

[Effect of the Invention] The charge of oil-in-water type emulsification makeup of this invention has high ultraviolet-rays defense ability, transparency, and stability, and, moreover, is excellent in water repellence and the durability of effectiveness.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL PROBLEM

[Description of the Prior Art] Generally, since the ultraviolet ray absorbent of an organic compound has a problem in stability and safety, inorganic fine particles, such as a zinc oxide and titanium oxide, are blended with skin external preparations, such as a charge of makeup to defend ultraviolet rays conventionally.

[0003] However, when inorganic fine particles, such as titanium oxide and a zinc oxide, increased loadings, they became white, and they had the problem that the appearance after makeup was spoiled. Moreover, since these inorganic fine particles had high surface activity, in order to achieve stabilization of a combination component, they needed to perform various surface treatment and needed to reduce activity.

[0004] On the other hand, since the continuous phase consists of aqueous components, the charge of oil-in-water type emulsification makeup has the descriptions, like a feeling of oiliness is excellent in a feeling of use few.

[0005] However, as compared with the charge of water-in-oil type emulsification makeup, the charge of oil-in-water type emulsification makeup was inferior to durability and water repellence, and had the fault that makeup was easy to come off.

[0006] Therefore, the appearance after makeup does not become white, but the purpose of this invention is stable and is to offer the charge of oil-in-water type emulsification makeup excellent in water repellence and durability while it is excellent in the ultraviolet-rays defense effectiveness.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

MEANS

[Means for Solving the Problem] As a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly in this actual condition, when using together the powder and acrylic-acid system polymer of silicon carbide which are generally used as abrasives or a material of a chemical reaction container, a header and this invention were completed for the charge of oil-in-water type emulsification makeup which has high ultraviolet-rays defense ability, transparency, and stability, and is excellent in water repellence and durability being obtained.

[0008] That is, the charge of oil-in-water type emulsification makeup characterized by this invention containing silicon carbide powder and an acrylic-acid system polymer is offered.

[0009] Although not limited, especially the silicon carbide powder used for this invention has many which have the higher light transmittance of a light field, and since it is highly transparent, coloring is also desirable [powder / many]. Therefore, the thing whose free carbon content is 0.3 or less % of the weight and whose transition element metallic-compounds content is 0.2 or less % of the weight is desirable, and the thing especially whose free carbon content is 0.1 or less % of the weight and whose transition-metals compound content is 0.1 % of the weight is desirable.

[0010] In addition, a free carbon content can be measured here according to JIS-R -61-24-1980.

[0011] The absorbing power of an ultraviolet radiation field is alternatively discovered, and the silicon carbide of such a high grade has still less absorption of a light field, and can be broadly used as an ultraviolet absorption ingredient.

[0012] Especially the crystal mold of silicon carbide has 2H, 4H, and desirable 6H mold from a viewpoint of the transparency of a light field, although alpha mold, beta mold and 2H, 4H, 6H, 8H and 15R, 3C molds, etc. are not limited. In this invention, even if independent in a kind, what has two or more sorts of crystal molds can be mixed and used.

[0013] Furthermore, although especially the configuration of silicon carbide powder is not limited, either, especially the shape of tabular and a ball are desirable. Moreover, within the limits of particle size of 0.1-50 micrometers is especially desirable 0.01-100 micrometers from the point for improving dispersibility, making electric shielding area small, and heightening the ultraviolet-rays defense effectiveness.

[0014] Although especially the manufacture approach of the silicon carbide powder used by this invention is not limited, its silicon carbide whose free carbon content is 0.3 or less % of the weight and whose transition element metallic-compounds content is 0.2 or less % of the weight is desirable, and it is desirable to use the following well-known approaches.

[0015] Namely, what is necessary is to reach transition element metallic compounds by acid treatment from a silicon carbide raw material, and for heating just to remove free carbon. What is necessary is just to perform heating at 15-95 degrees C at this time, using those mixed acids, such as a hydrochloric acid, oxalic acid, a nitric acid, and fluoric acid, as an acid. Moreover, it can also manufacture by the approach (for example, a magazine "a vacuum", 30 volumes (1987), P52) of carrying out heating sublimation and carrying out crystal growth of the silicon carbide raw material, the approach (for example, a magazine "the ceramics", 19 volumes (1984), P478) of compounding by the gaseous-phase method from silicon

and a carbon raw material further, etc.

[0016] the fluoridization by siliconization the silicon carbide powder obtained in this way is the purpose which gives water repellence and oil repellency further although it can come out as it is and can blend with the charge of makeup of this invention, and according to methyl hydrogen polysiloxane, a trimethylsiloxy silicic acid, methyl polysiloxane, etc. by the well-known approach, perfluoroalkyl phosphoric ester, etc. -- after performing surface treatment, such as lecithin processing, metallic soap processing, and alkyl phosphoric ester processing, further, it can also use.

[0017] Although the loadings of the silicon carbide powder in the charge of makeup of this invention can be chosen as arbitration according to a pharmaceutical form, its 1 - 25 % of the weight is especially desirable 0.1 to 50% of the weight.

[0018]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EXAMPLE

[Example] This invention is not limited by these examples, although an example is given to below and this invention is further explained to a detail. In addition, the manufacturing method of silicon carbide powder is collectively shown as a synthetic example. The free carbon content and the transition element metallic-compounds content were performed according to the approach of JIS-R-61-24-1980.

[0040] The silicon carbide (the mixing percentage of mean-particle-diameter = 3.5micrometer and polymorphisms 6H and 4H is 20% : 80%) of alpha form acquired with the synthetic example 1 Acheson process was immersed into the hydrochloric-acid water solution, and transition element metallic compounds were removed. Furthermore, it heat-treated at 700 degrees C under the air air current for 1 hour, and free carbon was removed. The free carbon content was 0.18 % of the weight, and the transition element metallic-compounds content of what was obtained was 0.15 % of the weight. It scoured so that the silicon carbide powder obtained by the silicone oil might become 10 % of the weight, and the paint film was formed in quartz glass, and permeability with a wavelength of 200-700nm was measured using the spectrophotometer (the Hitachi make, U4000 mold). Consequently, the permeability of a light field is high (the permeability which is 500nm is 78.5%), the permeability of an ultraviolet radiation field is low (the permeability which is 300nm is 21.3%), and it became clear that it excelled in an alternative ultraviolet absorption property.

[0041] Transition element metallic compounds and free carbon were removed for the silicon carbide (the mixing percentage of mean-particle-diameter = 0.15micrometer and polymorphisms 6H and 4H is 40% : 60%) of alpha form acquired with the synthetic example 2 Acheson process like the synthetic example 1, the amount of free carbon is 0.06 % of the weight, and the silicon carbide powder whose transition element metallic-compounds content is 0.08 % of the weight was obtained. Permeability was measured with the spectrophotometer like the synthetic example 1 about this. Consequently, the permeability of a light field is high (the permeability which is 500nm is 81.7%), the permeability of an ultraviolet radiation field is low (the permeability which is 300nm is 15.5%%), and it became clear that it excelled in an alternative ultraviolet absorption property.

[0042] The silicon carbide (mean particle diameter = 0.02 micrometers, a polymorphism C) of beta form acquired by the RF plasma CVD which is a synthetic example 3 gaseous-phase method was heat-treated at 600 degrees C among the air air current for 1 hour, and transition element metallic compounds obtained [free carbon] 0.05% of the weight of silicon carbide powder 0.09% of the weight. Ultraviolet absorption ability was measured with the spectrophotometer like [this] the synthetic example 1. Consequently, the permeability of a light field is high (the permeability which is 500nm is 81.7%), the permeability of an ultraviolet radiation field is low (the permeability which is 300nm is 17.5%), and it became clear that it excelled in an alternative ultraviolet absorption property.

[0043] The charge of makeup of the presentation shown in example 1 table 1 was prepared according to the conventional method, and the organic-functions evaluation by 20 special panelists compared the durability of the ultraviolet-rays defense effectiveness, and water repellence with elegance conventionally. The evaluation result is shown in Table 1.

[0044] (The evaluation approach) The charge of this makeup was applied and organic functions

estimated the durability of 6 hours after, and water repellence.

valuation-basis: -- O; -- person who answered that it was good 20 - 15 persons and O; -- person who answered that it was good 15 - ten persons and **; -- person who answered that it was good Ten person - five persons and x; -- person who answered that it was good Five person - Zero person.

[0045]

[Table 1]

成分 (重量%)	本発明品	比較品
合成例 1 の炭化珪素粉末	10.0	10.0
ステアリン酸	2.0	2.0
セタノール	1.0	1.0
コレステロール	1.0	1.0
スクワラン	10.0	10.0
オリーブ油	5.0	5.0
ホホバ油	5.0	5.0
セチルリン酸	—	0.5
モノステアリン酸ソルベツ	—	2.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 (40E.0)	—	0.5
ブチルパラベン	0.1	0.1
メチルパラベン	0.1	0.1
グリセリン	10.0	10.0
L-アルギニン	0.3	0.3
アクリル酸系ポリマー (ベムランTR-2)	0.2	—
アクリル酸系ポリマー (カーボール1342)	0.2	—
ヒアルロン酸	0.05	—
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0	—
4-メキシ-4'-ヒドロキシベンゾイルメタン	3.0	—
香料	0.1	0.1
精製水	バランス	バランス
持続性	◎	△
撥水性	○	×

[0046]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-34719

(43)公開日 平成8年(1996)2月6日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	7/42			
	7/00	N		
		B		
		J		
	7/48			

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21)出願番号	特願平6-173041	(71)出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22)出願日	平成6年(1994)7月26日	(72)発明者	阿部 昭仁 千葉県船橋市印内3-20-1
		(72)発明者	菅原 智 千葉県船橋市松ヶ丘5-16-14
		(72)発明者	山木 和広 千葉県船橋市習志野台1-21-25
		(72)発明者	鈴木 裕二 東京都杉並区南荻窪2-14-3
		(74)代理人	弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54)【発明の名称】 化粧料

(57)【要約】

【構成】 炭化珪素粉末及びアクリル酸系ポリマーを含む水中油型乳化化粧料。

【効果】 高い紫外線防御能、透明性及び安定性を有し、しかも撥水性及び効果の持続性に優れる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭化珪素粉末及びアクリル酸系ポリマーを含有することを特徴とする水中油型乳化化粧料。

【請求項2】 炭化珪素粉末の粒径が0.01~100 μm である請求項1記載の水中油型乳化化粧料。

【請求項3】 更に紫外線防御剤を含有する請求項1又は2記載の水中油型乳化化粧料。

【請求項4】 更に水溶性高分子を含有する請求項1、2又は3記載の水中油型乳化化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、炭化珪素粉末及びアクリル酸系ポリマーを含有し、紫外線防御効果に優れ、持続性及び撥水性に優れた水中油型乳化化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】一般に有機化合物の紫外線吸収剤は安定性と安全性に問題があるため、従来、紫外線を防御する目的の化粧料等の皮膚外用剤には酸化亜鉛、酸化チタン等の無機粉体が配合されている。

【0003】しかしながら、酸化チタンや酸化亜鉛等の無機粉体は配合量を増すと白くなり、化粧後の外観が損なわれるという問題があった。また、これらの無機粉体は表面活性が高いため、配合成分の安定化をはかるためには各種表面処理を行って活性を低下させる必要があった。

【0004】一方、水中油型乳化化粧料は、連続相が水性成分で構成されているため、油性感が少なく使用感に優れる等の特徴を有している。

【0005】しかしながら、水中油型乳化化粧料は、水中油型乳化化粧料と比較して、持続性、撥水性に劣り、化粧くずれし易いという欠点があった。

【0006】従って本発明の目的は、紫外線防御効果に優れると共に、化粧後の外観が白くならず、安定で撥水性及び持続性に優れた水中油型乳化化粧料を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】斯かる実情において本発明者らは鋭意研究を行った結果、一般に研削材や化学反応容器の素材として用いられている炭化珪素の粉末とアクリル酸系ポリマーとを併用すれば、高い紫外線防御能、透明性及び安定性を有し、かつ撥水性及び持続性に優れた水中油型乳化化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0008】すなわち本発明は、炭化珪素粉末及びアクリル酸系ポリマーを含有することを特徴とする水中油型乳化化粧料を提供するものである。

【0009】本発明に用いられる炭化珪素粉末は、特に限定されないが、可視光領域の光透過率の高いものほど、着色も少なく、透明度も高いため好ましい。従つ

2

て、遊離炭素含有量が0.3重量%以下で、かつ遷移元素金属化合物含有量が0.2重量%以下であるものが好ましく、特に遊離炭素含有量が0.1重量%以下で、かつ遷移金属化合物含有量が0.1重量%であるものが好ましい。

【0010】尚、ここで遊離炭素含有量はJIS-R-61-24-1980に準じて測定することができる。

【0011】このような高純度の炭化珪素は、紫外光領域の吸収能が選択的に発現し、更に可視光領域の吸収が少なく、紫外線吸収材料として幅広く利用できる。

【0012】炭化珪素の結晶型は、 α 型、 β 型及び2H、4H、6H、8H、15R、3C型等、特に限定されないが、可視光領域の透明性の観点から2H、4H、6H型が好ましい。本発明においては、一種を単独でも、又は二種以上の結晶型を有するものを混合して用いることができる。

【0013】更に、炭化珪素粉末の形状も特に限定されるものではないが、特に板状、球状が好ましい。また、粒径は分散性を向上し、遮蔽面積を小さくして紫外線防御効果を高めるための点から0.01~100 μm 、特に0.1~50 μm の範囲内が好ましい。

【0014】本発明で用いられる炭化珪素粉末の製造方法は、特に限定されないが、遊離炭素含有量が0.3重量%以下で、かつ遷移元素金属化合物含有量が0.2重量%以下である炭化珪素が好ましく、以下の公知の方法を用いることが好ましい。

【0015】すなわち、炭化珪素原料から遷移元素金属化合物を酸処理により及び遊離炭素を加熱により除去すればよい。このとき酸としては塩酸、シュウ酸、硝酸、フッ酸等あるいはそれらの混酸を用い、加熱は15~95℃で行えばよい。また、炭化珪素原料を加熱昇華させ結晶成長させる方法（例えば、雑誌「真空」、30巻（1987）、P52）、更に珪素及び炭素原料から気相法により合成する方法（例えば、雑誌「セラミックス」、19巻（1984）、P478）等により製造することもできる。

【0016】かくして得られる炭化珪素粉末は、そのまま本発明の化粧料に配合することができるが、更に撥水性と撥油性を持たせる目的で、公知の方法により、メチルヒドロジェンポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸、メチルポリシロキサン等によるシリコーン処理、パーフルオロアルキルリン酸エステル等によるフッ素処理、更にはレシチン処理、金属石鹸処理、アルキルリン酸エステル処理等の表面処理を行ってから用いることもできる。

【0017】本発明の化粧料における炭化珪素粉末の配合量は、剤型に応じて任意に選択することができるが、0.1~50重量%、特に1~25重量%が好ましい。

【0018】また、本発明で用いるアクリル酸系ポリマーは、アルカリ剤で中和することによってゲルを形成す

るものであれば特に限定されず、一般に水溶性アルカリ増粘型ポリマーと称せられるものが用いられる。このようなアクリル酸系ポリマーとしては、例えばB. F. グッドリッチ社 (B.F. Goodrich Company) から市販されているカーボポール (Carbopol) 907、910、934、934-P、940、941、954、980、981、1342、1382、2984、5984等やペムラン (Pemulen) TR-1、TR-2等、リボ社 (Lipo Chemicals inc.) から市販されているハイパン (Hypam) SA-100H、SR-150H、SS-201、QT-100等、住友精化社から市販されているアクベック (AQUPEC) HV-501、HV-504、HV-505等が挙げられる。これらのうち、特に好ましいアクリル酸系ポリマーとしては、カーボポール941、1342；ペムランTR-1、TR-2が挙げられる。

【0019】本発明の化粧料におけるアクリル酸系ポリマーの配合量は、ポリマーの種類等により異なり適宜決定すればよいが、一般的に化粧料全量中0.1~20重量%、特に0.2~1重量%とすることが好ましい。

【0020】アクリル酸系ポリマーを中和しゲル化するアルカリ剤としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム等の無機塩基及びトリエタノールアミン、L-アルギニン等の有機塩基が挙げられる。

【0021】本発明化粧料には、更に必要に応じて、他の紫外線防御剤、すなわち紫外線吸収剤及び/又は紫外線散乱剤を配合すると、より高い紫外線防御効果を得ることができる。このような紫外線吸収剤としては、従来皮膚外用剤に汎用されているものを用いることができ、かかる紫外線吸収剤の代表的な化合物としては、以下のものが挙げられる。

【0022】(1) 安息香酸誘導体系：パラアミノ安息香酸 (PABA)、PABAモノグリセリンエステル、N、N-ジプロポキシPABAエチルエステル、N、N-ジエトキシPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAブチルエステル、N、N-ジメチルPABAアミルエステル、N、N-ジメチルPABAオクチルエステル等

【0023】(2) アントラニル酸誘導体系：ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート等

【0024】(3) サリチル酸誘導体系：アミルサリシレート、メントールサリシレート、ホモメントールサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、p-イソプロパノールフェニルサリシレート等

【0025】(4) 桂皮酸誘導体系：オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、メチル-2, 5-ジイソプロピルシンナメート、エチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、メチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-p-メトキシ

シンナメート、イソプロピル-p-メトキシシンナメート、イソアミル-p-メトキシシンナメート、オクチル-p-メトキシシンナメート (2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート)、2-エトキシエチル-p-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシンナメート、エチル- α -シアノ- β -フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル- α -シアノ- β -フェニルシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート等

【0026】(5) ベンゾフェノン誘導体系：2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-4'-メチルベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸塩、4-フェニルベンゾフェノン、2-エチルヘキシル-4'-フェニルベンゾフェノン-2-カルボキシレート、2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン、4-ヒドロキシ-3-カルボキシベンゾフェノン等

【0027】(6) その他の紫外線吸収剤：3-(4'-メチルベンジリデン)-d, 1-カンファー、3-ベンジリデン-d, 1-カンファー、ウロカニン酸、ウロカニン酸エチルエステル、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、ジベンザラシン、ジアニソイルメタン、4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン、5-(3, 3'-ジメチル-2-ノルボルニリデン)3-ペンタン-2-オン、1-(3, 4-ジメトキシフェニル)-4, 4'-ジメチル-1, 3-ペンタジオン等

【0028】上記のうち、特に好ましい紫外線吸収剤としては、2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート、4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン等が挙げられる。

【0029】また、本発明に用いられる紫外線散乱剤としては、例えば酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、カオリン、タルク、マイカ、硫酸バリウム、アルミナ、シリカ等の無機粉体及びナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、ポリメチルシロセスキオキサン等の有機粉体が挙げられるが、紫外線散乱能と吸収能を合わせもつ微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、薄片状酸化亜鉛等の金属酸化物が特に望ましい。ここで微粒子酸化チタン、酸化亜鉛とは平均粒径10~100nm程度のものであり、市販品をそのまま使用できる。一方、薄片状酸化亜鉛とは、平均粒径100~1000nm、厚さ10~200nmで板状比3以上のものをいい、例えば特開平1-1

5

75921号公報記載の方法で製造されるものが挙げられる。また、これら紫外線散乱剤は、分散性、感触等の効果向上を目的として、複合化したものを使用してもよい。複合化した紫外線散乱剤としては、特開昭63-132821号公報、特開平1-190625号公報、特開平4-104293号公報、特開平4-196757号公報、特開平4-142083号公報等に記載のものが挙げられる。

【0030】また、これらの紫外線散乱剤は、そのまま本発明の化粧料に配合することができるが、更に撥水性と撥油性を持たせる目的で、公知の方法により、メチルハイドロジェンポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸、メチルポリシロキサン等によるシリコーン処理、パーフルオロアルキルリン酸エステル等によるフッ素処理、更にはレシチン処理、金属石鹸処理、アルキルリン酸エステル処理等の表面処理を行ってから用いることもできる。

【0031】これらの紫外線防御剤は、1種を単独で用いても又は2種以上を混合して用いてよい。本発明の化粧料における配合量はその用途によって適宜選択すればよいが、通常0.1〜50重量%、特に1〜25重量%が好ましい。

【0032】また、本発明の化粧料には、必要により水溶性高分子を配合すると、乳化安定性が更に向上するので好ましい。ここで用いられる水溶性高分子としては、例えばグァーガム、クインスード、カラギーナン、ローカストビーンガム、アラビアガム、トラガカント、ベクチン、マンナン、デンプン、アルギン酸ナトリウム、ヒアルロン酸ナトリウム、キサンタンガム、プルランデキストラン、カードラン、コラーゲン、ケラチン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン、コンドロイチン硫酸、キチン、カチオン化セルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシプロピルトリメチルアンニウムクロリドエーテル、カルボキシメチルセルロース、デキストラン硫酸、カルボキシメチルキチン、可溶性デンプン、カルボキシメチルデンプン、アルギン酸プロピレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレングリコール等が挙げられる。就中特に好ましい水溶性高分子としては、キサンタンガム、ヒアルロン酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース等が挙げられる。水溶性高分子の配合量は本発明の化粧料全量中の0.01〜5.0重量%、特に0.05〜3.0重量%が好ましい。

【0033】本発明の化粧料は、水中油型乳化化粧料であるので、水、油性基剤等の油性物質及び界面活性剤が必要である。本発明で用いる油性基剤としては、通常の化粧料に用いられるものであればいずれでもよく、例え

6

ばスクワラン、流動パラフィン、ワセリン等の炭化水素油、鯨ロウ、カルナウバロウ等のロウ類、ホホバ油、ミリスチン酸オクチルドデシル、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール等のエステル油類、オリーブ油、マカデミアナッツ油等の天然動植物油脂、ジグリセライド、シリコーン油等が挙げられる。

【0034】また、界面活性剤としては、通常の化粧料に用いられるものであればいずれでもよく、例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油アルキル硫酸エステル、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル、アルキルリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、脂肪酸アルカリ金属塩、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル等が挙げられる。

【0035】更に、本発明の化粧料は上記の成分以外に本発明の効果を損なわない限りにおいて、アルコール類、粘度調整剤、安定化剤、湿潤剤、保湿剤、細胞間脂質（セラミド等）、防腐剤、pH調整剤、酸化防止剤、増粘剤、粉体、色素、香料、薬効成分美白剤等を適宜配合することができる。

【0036】ここで、保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール等が挙げられる。

【0037】本発明の化粧料は、常法に従って製造することができ、乳液、クリーム、軟膏、エアゾール化粧料、ファンデーション等の様々な剤型とすることができる。

【0038】

【発明の効果】本発明の水中油型乳化化粧料は、高い紫外線防御能、透明性及び安定性を有し、しかも撥水性及び効果の持続性に優れたものである。

【0039】

【実施例】以下に実施例を挙げて、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。尚、併せて炭化珪素粉末の製造法を合成例として示す。遊離炭素含有量及び遷移元素金属化合物含有量はJIS-R-61-24-1980の方法に準じて行った。

【0040】合成例1

アチソン法で得られた α 形の炭化珪素（平均粒径 $=3.5\mu\text{m}$ 、多形6Hと4Hの混合率は20%：80%）を、塩酸水溶液中に浸漬し、遷移元素金属化合物を除去した。更に空気気流下700℃で1時間加熱処理し遊離炭素を除去した。得られたものは、遊離炭素含有量が

0.18重量%で、遷移元素金属化合物含有量が0.15重量%であった。シリコンオイルに得られた炭化珪素粉末が10重量%となるよう練り込み、石英ガラスに塗膜を形成し、分光光度計（日立製作所製、U4000型）を用いて波長200～700nmの透過率を測定した。その結果、可視光領域の透過率が大きく（500nmの透過率は78.5%）、紫外光領域の透過率が低く（300nmの透過率は21.3%）、選択的紫外線吸収特性に優れることが判明した。

【0041】合成例2

アチソン法で得られたα形の炭化珪素（平均粒径＝0.15μm、多形6Hと4Hの混合率は40%：60%）を、合成例1と同様に、遷移元素金属化合物と遊離炭素を除去し、遊離炭素量が0.06重量%で、遷移元素金属化合物含有量が0.08重量%の炭化珪素粉末を得た。これについて合成例1と同様にして分光光度計で透過率を測定した。その結果、可視光領域の透過率が大きく（500nmの透過率は81.7%）、紫外光領域の透過率が低く（300nmの透過率は15.5%）、選択的紫外線吸収特性に優れることが判明した。

【0042】合成例3

気相法である高周波プラズマCVDで得られたβ形の炭化珪素（平均粒径＝0.02μm、多形C）を空気気流中600℃で1時間熱処理し、遊離炭素が0.09重量%、遷移元素金属化合物が0.05重量%の炭化珪素粉末を得た。これについて合成例1と同様に分光光度計で紫外線吸収能を測定した。その結果、可視光領域の透過率が大きく（500nmの透過率は81.7%）、紫外光領域の透過率が低く（300nmの透過率は17.5%）、選択的紫外線吸収特性に優れることが判明した。

【0043】実施例1

表1に示す組成の化粧料を常法に従って調製し、その紫外線防御効果の持続性及び撥水性について、専門パネラー20名による官能評価により、従来品と比較した。表1にその評価結果を示す。

炭化珪素粉末（合成例2）

セタノール

スクワラン

オリーブ油

ホホバ油

アクリル酸系ポリマー

（ベムランTR-2）

アクリル酸系ポリマー

（カーボボール1342）

2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート

4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン

キサントタンガム

ブチルパラベン

メチルパラベン

エタノール

【0044】（評価方法）本化粧料を塗布し、6時間後の持続性及び撥水性を官能で評価した。

評価基準：

◎；良いと答えた人 20名～15名、

○；良いと答えた人 15名～10名、

△；良いと答えた人 10名～5名、

×；良いと答えた人 5名～0名。

【0045】

【表1】

成分（重量%）	本発明品	比較品
合成例1の炭化珪素粉末	10.0	10.0
ステアリン酸	2.0	2.0
セタノール	1.0	1.0
コレステロール	1.0	1.0
スクワラン	10.0	10.0
オリーブ油	5.0	5.0
ホホバ油	5.0	5.0
セチルリン酸	—	0.5
トリス（トリメチルシリル）エーテル	—	2.0
シリコンエチレン硬化ヒマシ油（40E-0）	—	0.5
ブチルパラベン	0.1	0.1
メチルパラベン	0.1	0.1
グリセリン	10.0	10.0
シアルギニン	0.3	0.3
アクリル酸系ポリマー （ベムランTR-2）	0.2	—
アクリル酸系ポリマー （カーボボール1342）	0.2	—
ヒアルロン酸	0.05	—
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0	—
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0	—
香料	0.1	0.1
精製水	バランス	バランス
持続性	◎	△
撥水性	○	×

【0046】表1から明らかなように、本発明品は従来品に比べ、紫外線防御効果及びその持続性並びに撥水性において良好な結果を示した。また、安定性も良好であった。

【0047】実施例2（乳液）

下記組成の乳液を常法に従って調製した。

【表2】

10.0（重量%）

1.0

5.0

8.0

2.0

0.1

0.1

3.0

3.0

0.1

0.1

0.1

3.0

9	10
グリセリン	2.0
1, 3-ブチレングリコール	2.0
L-アルギニン	0.2
香料	0.1
精製水	バランス

【0048】得られた乳液は紫外線防御効果及びその持続性に優れ、撥水性及び安定性も良好であった。

* 下記組成のクリームを常法に従って調製した。

【表3】

【0049】実施例3 (クリーム)

*

炭化珪素粉末 (合成例3)	10.0 (重量%)
ステアリン酸	2.0
セタノール	1.0
コレステロール	1.0
スクワラン	10.0
オリーブ油	5.0
ホホバ油	5.0
アクリル酸系ポリマー (ペムランTR-1)	0.2
アクリル酸系ポリマー (カーボール 941)	0.2
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
キサンタンガム	0.1
ヒドロキシエチルセルロース	0.1
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
グリセリン	10.0
L-アルギニン	0.4
香料	0.1
精製水	バランス

【0050】得られたクリームは紫外線防御効果及びその持続性に優れ、撥水性及び安定性も良好であった。

30 下記組成のリキッドファンデーションを常法に従って調製した。

【0051】実施例4 (リキッドファンデーション)

【表4】

炭化珪素粉末 (合成例1)	5.0 (重量%)
スクワラン	5.0
ミリスチン酸オクチルドデシル	5.0
マイクロクリスタリンワックス	6.0
アクリル酸系ポリマー (ペムランTR-2)	0.2
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ヒドロキシエチルセルロース	2.1
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
グリセリン	10.0
カオリン	10.0
タルク	10.0
着色顔料	15.0
L-アルギニン	0.2
香料	0.2
精製水	バランス

11

【0052】得られたリキッドファンデーションは紫外線防御効果及びその持続性に優れ、撥水性及び安定性も良好であった。

12

*【0053】実施例5（エアゾール化粧品）
下記組成のエアゾール化粧料を常法に従って調製した。
* 【表5】

炭化珪素粉末（合成例2）	5.0（重量%）
ミリスチン酸イソプロピル	2.0
アクリル酸系ポリマー	
（ペムランTR-2）	0.1
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ヒドロキエチルセルロース	2.1
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
グリセリン	10.0
タルク	1.0
L-アルギニン	0.1
香料	0.2
LPG、ジメチルエーテル混合ガス（8/2）	7.0
精製水	バランス

【0054】得られたエアゾール化粧料は紫外線防御効果及びその持続性に優れ、撥水性及び安定性も良好であ

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.